(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-278951

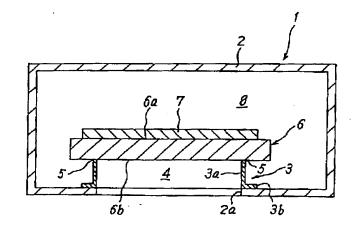
(43)公開日 平成11年(1999)10月12日

(51) Int. Cl. 6	識 別 記 号	庁内整理番号	F I				技術	析表示箇所
C04B 37/00			C04B 37/00			В		
B23K 35/30	310		B23K 35/30		310	С		
35/40	340		35/40		340	J		
CO4B 37/02			CO4B 37/02			В		
37/04			37/04					
31/04			審查請求	未請求	請求項	の数 9	FD	(全8頁)
	## 855.77 1 0 _ 0 9	2 1 6	(71)出願人	0 0 0 0	0406	i 4		
(21)出願番号	特願平10-9821	, 1 0	(() () ()	日本碍子	株式会社	Ł		
()	平成10年(19	08138278					頁田町2	番 5 6 号
(22)出願日	平成10年(19	907071211	(72)発明者	大橋 玄				
			(12/22/2			盐穗区名	頁田町 2	番 5 6 号
				日本碍子				
			(72)発明者	藤井 知				
•						品穂区 彡	須田町2	番 5 6 号
				日本碍子				
			(74)代理人	弁理士	杉村	尭 秀	(外8名)
	•							

(54) 【発明の名称】接合体の製造方法および接合体

(57) 【要約】

【課題】セラミックス部材と金属部材とを金属ろう材層によって接合し、接合体を得るのに際して、ろう材層を酸化性雰囲気、高真空雰囲気に対して高温で噪解した場合にも、長期間にわたって接合状態を維持できるようにする。



2

【特許請求の範囲】

【簡求項1】セラミックス部材と他の部材との接合体を製造する方法であって、銅を50-99重型%、アルコニウムを0.5-20重型%およびチタン、ジルコニウム、ハフニウム、パナジウムおよびニオブからなる群合の人の活性金属を0.5-5重量%含化のではれた一種以上の活性金属を0.5-5重量%含化のでいますることを特徴とする、接合体の製造方法。

【請求項2】前記ろう材層を前記ろう材の固相線以下の 温度で加熱することを特徴とする、請求項1記載の接合 体の製造方法。

【請求項3】前記セラミックス部材が窒化アルミニウムからなり、前記他の部材がコパールからなることを特徴とする、請求項1または2記載の接合体の製造方法。

【請求項4】セラミックス部材と他の部材との接合体で あって、

前記セラミックス部材と前記他の部材とがろう材層を介して接合されており、前記ろう材層が、銅を50-99 重量%、アルミニウムを0.5-20量%およびチタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた一種以上の活性金属を0.5-5重量%合有するろう材であって、酸化性雰囲気下で加熱処理されたろう材からなることを特徴とする、接合体。

【請求項 5】 セラミックス部材と他の部材との接合体であって、

前記セラミックス部材と前記他の部材とがろう材層を介して接合されており、前記ろう材層が、鋼を50-59 重量%、アルミニウムを0.5-20重量%およびニウム、パナジウムはおよびニウム、パナジウムはおよびにからなる群より選ばれた一種以上の活性金属を0.5 1-5重量%含有するろう材からなり、ろう材中のアルミニウムが前記ろう材層の表面側に拡散し、酸化していることを特徴とする、接合体。

【 前求項 6 】 前記接合体が、半導体製造用チャンパーに対して取り付けるための接合体であることを特徴とする、 請求項 4 または 5 記報の接合体。

【請求項7】前記ろう材層が、前記チャンパー外の不活性または酸化性を有する雰囲気と、前記チャンパー外の 雰囲気よりも圧力が低い前記チャンパー内の雰囲気に対して曝露されるものであることを特徴とする、請求項6 記載の接合体。

【 請求項 8 】 半導体製造用チャンパーに対して取り付けるための接合体であって、

前記接合体が、セラミックス部材、他の部材および前記 セラミックス部材と前記他の部材とを接合するろう材層 を備えており、このろう材層が、前記チャンパー外の酸化性雰囲気と、前記チャンパー外の前記酸化性雰囲気よりも圧力が低い前記チャンパー内雰囲気に対して曝露されるものであり、前記ろう材層が、銅を50-99重畳%、アルミニウムを0.5-20重量%およびチタン、ジルコニウム、ハフニウム、パナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた一種以上の活性金属を0.5-5重量%含有するろう材によって形成されていることを特徴とする、接合体。

【請求項9】前記セラミックス部材が窒化アルミニウムからなり、前記他の部材がコパールからなることを特徴とする、請求項4-8のいずれか一つの請求項に記載の なの体

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、セラミックス部材 と他の部材との接合体、接合体の製造方法に関するもの である。

[0002]

【従来の技術】窒化アルミニウム焼結体からなる基材同士を直接接合する方法は知られている。例えば、特開平2-124778号公報においては、窒化アルミニウム基材を1800℃~1900℃に加熱し、拡散接合により一体化している。特開平8-13280号公報によれば、比較的強度の高い窒化アルミニウム焼結体の接合体が開示されている。

【0003】また、特に窒化物セラミックス部材を、他の窒化物セラミックス部材とロウ付けしたり、あるる。例えば、特開平8-277171号公報においては、アルミニウム、銅またはニッケルを主成分とし、チタンミニウム、銅またはニッケルを主成分とし、チタンミニウムがお同士を接合することによって、C1F3等のハロゲン系腐食性ガスに対して高い耐蝕性を有する接合によって、カロゲン系腐食性ガスに対して高いが大変な食性ガスにあれる。このろう材は、ハロゲン系腐食性ガスに高いて変食されにくく、しかも窒化アルミニウムの表面に添れやすいものであった。

[0004]

30

【発明が解決しようとする課題】しかし、用途によって40 は問題が残されている。例えば、高温用途の半導体製造装置においては、セラミックス部材と金属部材とを接合する接合層が、500℃以上の高温で、半導体用チャンパー内外の各雰囲気に対して曝露される。チャンパー外の雰囲気は、大気や不活性ガスであり、チャンパー内の雰囲気は、例えば中高真空であるが、この中にハロゲン系腐食性ガスやオゾンガスが供給される。

【0005】例えば、アルミニウム系ろうは、500℃ 以上の高温領域では蒸気圧が高くなるために、使用が困 難である。銀系ろう、例えば銀ー銅ーチタン系合金ろう の場合には、やはり500℃以上といった高温領域では 20

40

50

蒸気圧が高いために、高真空下では抑発し、かつ大気に接触すると酸化しやすいので、ろう材層の野命が短い。 【0006】本発明の課題は、セラミックス部材と金属部材とを金属ろう材層によって接合し、接合体を得るのに際して、ろう材層を酸化性雰囲気、高真空雰囲気などに対して高温で曝露した場合にも、長期間にわたって接合状態を維持できるようにすることである。

[0007]

【課題を解決するための手段】本発明は、セラミックス部材と他の部材との接合体を製造する方法であって、銅を50-99重量%、アルミニウムを0.5-20重量%およびチタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた一種以上の活性金属を0.5-5重量%含有するろう材を使用し、セラミックス部材と他の部材とを口ウ付けすることにはって、セラミックス部材と他の部材およびろう材層を確ととを特徴とする。

【0008】また、本発明は、セラミックス部材と他の部材との接合体であって、セラミックス部材と他の部材とがろう材層を介して接合されており、ろう材層が、銅を50-99重量%、アルミニウムを0.5-20重量%およびチタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた一種以上の活性金属を0.5-5重量%含有するろう材であって、酸化性雰囲気下で加熱処理されたろう材からなることを特徴とする。

【0009】また、本発明は、セラミックス部材と他の部材との接合体であって、セラミックス部材と他の部材とがろう材層を介して接合されており、ろう材層が、銅を50-99重量%、アルミニウムを0.5-20重量%およびチタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた一種以上の活生の風を0.5-5重量%含有するろう材からなり、できるは中のアルミニウムがろう材層の表面側に拡散し、酸化することを特徴とする。

【0011】本発明者は、前記した特定組成範囲の鋼ー アルミニウム - 活性金属系のろう材を使用すると、セラ ミックス部材に対するろう材の溜れ性が良好になり、高温時のろう材層の揮発性が低くなることを見いだした。その上、このろう材層を高温の酸化性雰囲気に対して吸露すると、ろう材層の表面領域に、アルミニウムおよび酸素を主成分とする不働態化層が生成し、この結果、高温の酸化性雰囲気、オゾン雰囲気、ハロゲン系腐食性ガス雰囲気に対して、極めて高い耐蚀性が得られることを見いだした。

【0012】なお、ろう材層の表面領域に前記のような不動体化層を生成させるためには、ろう材層を600 $^\circ$ -958 $^\circ$ (望ましくは800 $^\circ$ -958 $^\circ$)の温度で、酸化性雰囲気、例えば大気に対して曝露することができる。

【0013】また、セラミックス部材を他の部材と接合して接合体を製造した後、この接合体を高温の酸化性雰囲気に対して曝露することなく、半導体製造用チャンバーに対して設置することができる。この場合にも、半導体製造用チャンバーの少なくとも外側雰囲気が大気等の酸化性雰囲気であり、かつ接合体が800℃ー958℃の温度にさらされる場合には、接合体を使用し始めると、早期にろう材層の表面領域に不動体化層が生成するので、本発明の効果を奏することができる。

【0014】セラミックス部材としては、ハロゲン系腐食性ガスに対して耐蝕性を有するセラミックスが好まして、特に窒化アルミニウムまたは緻密質アルミニウムまたは緻密質化アルミニウムまたは一般である。など、95%以上の相対密度を有する窒化アルミニウムである。である。また、セラミックス部材が、セラミックス部材が、セラミックス部材が、ホットプレス焼結またはホットアイソスタティックス焼結法による焼成品である場合にも、好適である。

【0015】他の部材は、前述のようなセラミックス部材か、あるいは、ハロゲン系腐食性ガスに対して耐蝕性を有する金属が好ましく、特にニッケル、銅、アルミニウムおよびこれらの合金からなる群より選ばれた金属が好ましい。

[0016] セラミックス部材中には、抵抗発熱体、静電チャック用電極、プラズマ発生用電極などの機能性部品を埋設することかできる。また、シャドーリング、高周波プラズマを発生させるためのチューブ、高周波プラズマを発生させるためのドームなどに対して本発明を適用できる。セラミックス部材に対して接合される他の部材としては、サセプターをチャンバーに取り付けるための耐蝕性金属製のリングが特に好適である。

【0017】例えば、図1に模式的に示すように、半導体収容容器1のチャンバー2中にサセプター6が収容されており、サセプター6のウエハー設置面6 aに半専体ウエハー7が設置されている。サセプター6の背面6 bに対して耐蝕性金属製のリング3の本体の筒状部分3 aが接合されている。5 はこの接合部分である。リング3

にはフランジ部 3 b が 限けられており、フランジ部 3 b がチャンパー 2 の内面に対して接合されている。 2 a はチャンパー 2 の開口である。リング 3 とサセプター 6 との接合部分 5 は、チャンパー内雰囲気 8 と、チャンパー外雰囲気 4 とに対して噪露される。

Ŷ

【0018】ろう材中には、銅を50-99重量%含有させる必要がある。銅の割合が99重量%を超えると、アルミニウム金属による接合効果および活性金属による接合性が発現しなくなる。アルミニウムの割合が0.5重量%未満であると、アルミニウムの酸化物保護膜が、ろう材層の表面を十分に被覆できなくなる。望ましくは、銅80-95重量%、アルミニウム1.0-10重量%が良い。

【0019】ろう材中には、チタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウムおよびニオブからなる群より選ばれた活性金属を含有させる必要がある。この割合を0.5重量%以上(更に好ましくは1重量%以上)とすることによって、窒化アルミニウム部材の濡れ性が著しく改善される。この割合を5重量%以下(更に好ましくは3重量%以下)とすることによって、酸化雰囲気やハロゲン系腐食性ガス雰囲気に対する耐蝕性が一層向上した。【0020】上記の活性金属の中で、チタンが特に好ましい。

【0021】ろう材中には、第四成分として珪素またはホウ素を分を含有させることができる。こうした第四成分の作用は、融点の降下である。同じ温度でも、第四成分を添加することによって、ろう材の流動性が良くなる。第四成分の含有割合が20重量%と下とすることが好ましい。第四成分の含有割合は、1~12重量%と30するとさらに好ましい。

 $[0\ 0\ 2\ 2]$ ろう材層における不動体化層の厚さは、 0. $1\ \mu$ m以上、更には 1. $0\ \mu$ m以上とすることが、 耐酸化性の点から好ましい。また、 $1\ 0\ 0\ \mu$ m以下、更 には $5\ 0\ \mu$ m以下とすることが、接合強度の点から好ま しい。

【0023】ろう材を加熱しながら酸化させる際の条件は、ろう材の固相線温度以下とするが、1058 ℃以下とすることが更に好ましい。また、800 ℃以上とすることが一層好ましい。例えば800 ℃では1 時間以上酸化処理することが好ましく、850 ℃では0.2 時間以上酸化処理することが好ましく、900 ℃では0.2 時間以上酸化処理することが好ましく。

0 [0024]

【実施例】以下、具体的な実施例について説明する。図1に示すような円盤状のセラミックスサセプターとリングとを、本発明の方法に従って接合した。ただし、サセプターの材質は、純度99.9%、密度3.26g/cm3の空化アルミニウム焼結体とし、サセプターの寸法は、直径中208mm×厚さ10mmとした。また、リングの材質はコパール合金とし、リングの外径は200mmとし、内径は198mmとし、高さは20mmとした。

0 【0025】サセプターの背面とリングの末端面とを対向させ、これらの間にろう材を介在させた。ろう材の組成は、銅:92.75量%、アルミニウム:2重量%、チタン:2.25量%、珪素:3重量%とした。この組み立て体を1050℃で10分間保持し、サセプターとリングとをロウ付けし、接合体を得た。

[0026] このロウ付け直後の接合体の接合部分にあるろう材層の断面を研磨し、研磨面を走査型電子顕微鏡写真によって観測した。図2は、このろう材層の写真を示す。ロウ付け直後のろう材層は、灰色のマトリックス(連続相)と、マトリックスの間にある粒状の黒色の分散相とに分かれていた。これらの各相における組成を、EDSによって測定し、表1に示す。

[0027]

【表1】

	銅	アルミニウム	チタン	珪 素	
マトリックス(灰色)	87. 7	4. 63	2. 41	5. 26	
分散相(黒色)	46. 83		32. 37	20. 8	

【0028】次いで、この接合体を、大気中で、表2に示す各温度、各時間、酸化処理した。得られた接合体について、外観を目視観察した。また、接合部分の断面を研磨し、研磨面を走査型電子顕微鏡によって観察し、表

面にある膜の厚さを測定した。これらの測定結果を表 2 に示す。

[0029]

【表2】

	酸化処理 温度 (°C)	酸化処理 時間 (時間)	不動体化層 の厚さ (μm)	外
1	800	0. 2	観測できず	変色はほとんどなし
2	800	1. 0	0. 1	変色はほとんどなし
3	800	5. 0	0. 2	変色あり
4	800	100	3. 0	変色あり
5	850	0. 2	0. 35	変色あり
6	850	5.0	0.65	変色あり
7	850	20. 0	1. 07	変色あり
8	900	0. 2	0. 51	変色あり
9	900	5. 0	1. 2	変色あり
1 0	900	20.0	測定不能	ろう材が腐食した
1 1	1000	0. 2	測定不能	ろう材が半溶解

 $[0\ 0\ 3\ 0]$ 以上述べたように、酸化処理温度時の温度を $8\ 0\ 0$ \mathbb{C} $-9\ 0\ 0$ \mathbb{C} とし、酸化処理時間を制御することで、例えば0 . $1\ \mu$ m -3 . $0\ \mu$ m の厚さを有する不動体化層を、ろう材層の表面に形成できることがわかった。そしてこの不動体化層は、ろう材層の表面の変色として目視で観測できた。 $8\ 0\ 0$ \mathbb{C} で0 . 2 時間熱処理した場合には、ろう材解の表面が腐食し、無数の凹凸が生成した。 $1\ 0\ 0\ \mathbb{C}$ で0 . 2 時間熱処理した場合には、ろう材が半溶解した。

【0031】図3には、800℃で100時間、酸化処

型した例(実験番号4)について、その断面の走査型電子顕微鏡写真を示す。この断面写真から見て、ロウ付け 20 直後のろう材層に、変質が進行していることがわかる。 即ち、ろう材層の表面側には不動体化層が明らかに生成 している。これとともに、酸化層の内側は、マトリック ス(連続相)と分散相とからなっているが、マトリック スは白色になり、分散相は灰色になっていた。表3に、 各相における組成の測定結果を示す。

[0032]

【表 3】

8									
		銅	アルミニウム	チタン	珪 素				
	マトリックス (白色)	87. 82	-	4. 19	7. 99				
	分散相 (灰色)	56. 7	–	26. 72	16. 58				

【0033】マトリックス、分散相からはアルミニウム が消失し、ろう材層の表面側に拡散し、不動体化層を生 成していることが分かる。

【0034】(高温の真空下における耐久試験)実験番号4、7の各試料を、500℃、1×10 トールの努明気下に100時間保持した。その後、図1のサセプターとリングとの接合部5のシール性を、ヘリウムリーク測定装置で評価したところ、耐久試験前後ともに、ヘリウムリーク量は、1×10 Torr・1/s未満であり、耐久試験後にもシール性の悪化は認められなかった

【0035】(高温の酸化性雰囲気における耐久試験) 実験番号4、7の各試料を、大気下で、700℃で10 0時間保持した。その後、図1のサセプターとリングと の接合部5のシール性を、ヘリウムリーク測定装置で評価したところ、耐久試験前後ともに、ヘリウムリーク畳 は、1×10 Torr・1/s未満であり、耐久試験 後にもシール性の悪化は認められなかった。

【0036】(比較例)前述のロウ付け工程において、銀63 重量%、銅35.25重量%、チタン1.75 重量%のろう材を使用した。ロウ付け時の温度は850 でとし、このロウ付け温度での保持時間は10分間と し、比較例の接合体を得た。

40 【0037】この接合体を、前述の高温の真空下における耐久試験、高温の酸化性雰囲気における耐久試験に供したところ、いずれも、耐久試験前にはヘリウムリーク型が1×10 *Torr・1/s未満であったが、耐久試験後には、1×10 *Torr・1/sを超えており、シール性の劣化が認められた。シール性が劣化した原因としては、真空試験の場合には銀の揮発が影響し、酸化試験の場合には、保護膜がないために、ろう材層の酸化が進行したためと考えられる。

【0038】 (接合部分の好適形態) 図4 - 図10は、 50 いずれも、本発明の接合体を適用するのに好適な各接合 形態を例示するものである。

【0039】図4の接合形態においては、リング3の末端面10がサセプター6の背面6bに対して接合されている。図4-図10において、リングは好ましくはコパールからなり、サセプターは好ましくは空化アルミニウムからなる。ここで、ろう材配11の幅1をリング3の厚さtで割った値(1/t)は、1.5以上、20以下とすることが好ましく、2以上、10以下とするためた銀和しやすい。

【0040】図5の接合形態におけるように、リング3Aの厚さ1を0.8mm以下とすることによっても、接合部5に発生する熱応力を一層緩和できる。ただし、リングの厚さは、通常1.0mm以上である。

【0041】また、図6-図9に示すように、ろう材層が設けられるリングの表面および/またはサセプターの表面に、C面あるいはR面を設けることによって、ろう材層のフィレット形状を制御でき、これによって接合部の残留応力が小さくなる。

【0042】例えば、図6に示すように、リング3Bの末端面10側に、C面12を設けることができる。また、図7に示すように、サセプター6の外周縁面側にC面13を設けることによって、ろう材層11の厚さがゆるやかに傾斜し、残留応力が小さくなる。

【0043】また、図8に示すように、サセプター6の内周面側に平面的に見て円形の凹部15を設け、凹部15の周縁にC面16を設けることができる。そして、C面16にろう材層11の一部分を位置させる。また、図9に示すように、サセプター6に、外周面側のC面13と、凹部15および内周面側のC面16とを同時に設けることができる。むろん、図7、図8、図9の各形態において、リング3側にもC面やR面を設けることができる。

【0044】また、リングとサセプターとの接合部分において、リングおよび/またはサセプターに凹凸を設けることができる。例えば、図10においては、リング3Cのサセプターであ面との接合部分に、はリング3Cの全周にわたって、凹凸が設けられている。17に凹であり、18は凸部であり、凹部17と凸部18とは交互に繰り返されている。これに応じて、ろう材層1は大いる。こうした構造を採用することによって、り付け時に、真空度を上昇させやすく、このためにろう材による濡れの不良が生じにくい。

[0045]

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、セラミックス部材と金属部材とを金属ろう材層によって接合し、接合体を得るのに際して、ろう材層を酸化性雰囲気、商真空雰囲気に対して高温で曝露した場合にも、長期間にわたって接合状態を維持できる。

【図面の簡単な説明】

【図1】半導体収容容器1のチャンパー2に対して、サセプター6とリング3との接合体を取り付けた状態を模10 式的に示す断面図である。

【図2】ロウ付け直後の接合体の接合部分にあるろう材 層の走査型電子顕微鏡写真である。

【図3】図2の接合体を、800℃で100時間、大気下で処理した後のろう材層の走査型電子顕微鏡写真を示す。

【図4】リング3とサセプター6との好適な接合形態を示す部分断面図である。

【図5】リング3Aとサセプター6との好適な接合形態を示す部分断面図である。

【図6】リング3Bとサセプター6との好適な接合形態を示す部分断面図であり、リング3BにC面12が設けられている。

【図7】 リング3とサセプター6との好適な接合形態を示す部分断面図であり、サセプター6の外周縁部側にC面13が設けられている。

【図8】リング3とサセプター6との好適な接合形態を示す部分断面図であり、サセプター6の内周縁部側に凹部15とC面16とが設けられている。

【図9】 リング3とサセプター6との好適な接合形態を 30 示す部分断面図であり、サセプター6の外周縁部側にC 面13が設けられており、サセプター6の内周縁部側に 凹部15とC面16とが設けられている。

【図10】リング3Cとサセプター6との好適な接合形態を示す部分断面図であり、リング3Cのサセプターとの接合部分に凹凸が設けられている。

【符号の説明】

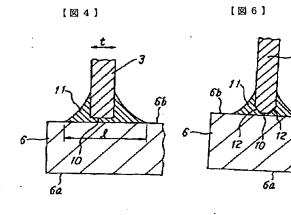
 1 半導体収容容器
 2 チャンバー
 3、3

 A、3B、3C 耐蚀性金属製のリング
 4 チャンパー外の雰囲気
 6 a ウエハー設置面
 5 サセプターとリングとの接合部分
 6 サセプタ

8チャンバー内の努囲気11ろう材層12、13、16 C面

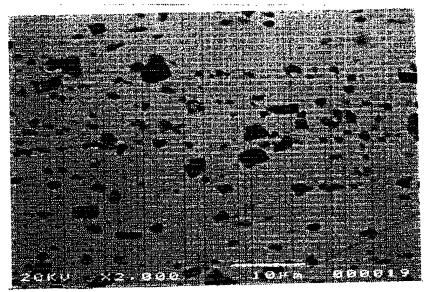
40

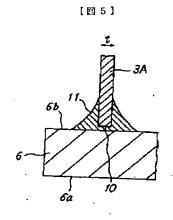
[N 1]

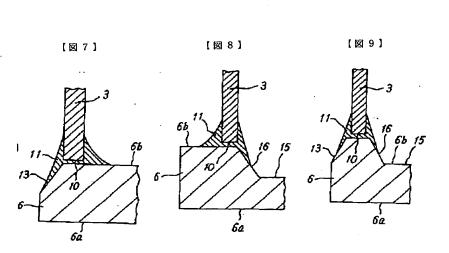


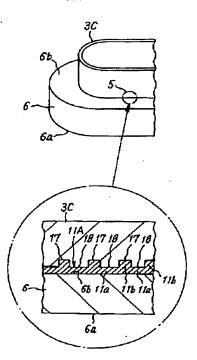
【図2】

図面代用写真





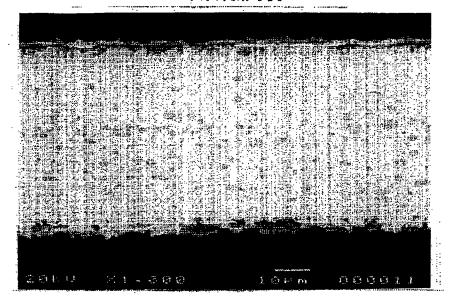




[図10]

[図3]

図面代用写真



This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS

IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

FADED TEXT OR DRAWING

BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

SKEWED/SLANTED IMAGES

COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

GRAY SCALE DOCUMENTS

LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

☐ OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.